

KAISERLICHES



PATENTAMT.

## PATENTSCHRIFT

— № 268488 —

KLASSE 22 a. GRUPPE 10.

AUSGEGEBEN DEN 18. DEZEMBER 1913.

FARBENFABRIKEN VORM. FRIEDR. BAYER & CO.  
IN LEVERKUSEN B. CÖLN A. RH. UND ELBERFELD.

Verfahren zur Darstellung von Baumwollfarbstoffen.

Patentiert im Deutschen Reiche vom 26. November 1910 ab.

Es wurde gefunden, daß man zu wertvollen Baumwollfarbstoffen, die sich auf der Faser mit p-Nitrodiazobenzol und anderen Diazoverbindungen nachbehandeln lassen, gelangt, wenn man die Diazoverbindungen von Acidyl-p-phenylendiaminen oder ihren Derivaten einwirken läßt auf eine eine Weiterdiazotierung gestattende Mittelkomponente, das erhaltene Zwischenprodukt abermals diazotiert und mit einer Naphtolsulfosäure kombiniert, den gewonnenen Disazofarbstoff verseift, darauf nochmals diazotiert und mit 1-8-Dioxynaphtalin-4-sulfosäure kuppelt. Zu denselben Farbstoffen gelangt man, wenn man anstatt der Acidyl-p-diamine die entsprechenden p-Nitraniline verwendet und die so erhältlichen Disazofarbstoffe reduziert. Die neuen Farbstoffe färben Baumwolle in rot- bis grünblauen Tönen an; die Färbungen werden durch eine Nachbehandlung mit p-Nitrodiazobenzol waschecht und lassen sich mit Hydrosulfit vorzüglich weiß ätzen. Bemerkenswert ist, daß auch die nachbehandelten Färbungen sich durch die Klarheit ihrer blauen Nuancen auszeichnen.

Durch diese wertvollen Eigenschaften unterscheiden sich die neuen Farbstoffe von den nach der Patentschrift 87973 erhältlichen Trisazofarbstoffen, die die 1-8-Dioxynaphtalin-4-sulfosäure in anderer Stellung enthalten.

## Beispiel 1.

180 Teile Monoxyalyl-p-phenylendiamin werden mit 7000 Teilen Wasser und 65 Teilen Soda gelöst, die Lösung darauf mit 280 Teilen Salzsäure von 19° Bé. angesäuert, dann auf 10° abgekühlt und mit einer Lösung von 69 Teilen Natriumnitrit diazotiert. Die Diazoverbindung wird darauf vereinigt mit einer Lösung von 245 Teilen 1-naphtylamin-6-sulfosaurem Natrium, die mit 250 Teilen Natriumacetat (100 prozentig) versetzt ist. Die Kuppelung ist in wenigen Minuten beendet. Es wird mit Salzsäure mineralsauer gemacht und bei 10° abermals mit 69 Teilen Natriumnitrit diazotiert. Die Diazotierung ist nach etwa einstündigem Rühren fertig. Man läßt die Diazoverbindung nun einfließen in eine auf 0° gekühlte Lösung von 246 Teilen 2-naphtol-7-sulfosaurem Natrium in Wasser und 550 Teilen Soda. Der gebildete Farbstoff wird mit Kochsalz isoliert und abfiltriert. Die Paste wird darauf in 7000 Teilen kochendem Wasser gelöst und durch 10 Minuten langes Kochen mit 1500 Teilen 30 prozentiger Natronlauge verseift. Darauf kühlt man mit kaltem Wasser sofort auf etwa 70° ab, stumpft die überschüssige Natronlauge mit Säure ab und filtriert. Die Farbstoffpaste wird mit 7000 Teilen kaltem Wasser wieder angerührt, mit 60

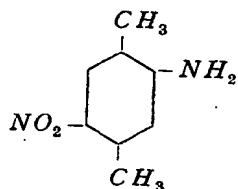
BEST AVAILABLE COPY

250 Teilen Salzsäure angesäuert und mit 69 Teilen Natriumnitrit diazotiert.

Man läßt einige Stunden rühren, bis keine freie salpetrige Säure mehr nachweisbar ist. 5  
Alsdann läßt man die Diazoverbindung einfließen in eine Lösung von 262 Teilen 1.8-dioxynaphtalin-4-sulfosaurem Natrium, die mit 300 Teilen Natriumacetat versetzt und mit Essigsäure schwach angesäuert ist. Nach etwa 10  $\frac{1}{2}$  stündigem Rühren wird die Mischung mit Soda schwach alkalisch gemacht und der gebildete Farbstoff darauf abfiltriert. Er ist in Wasser mit klar blauer Farbe löslich und färbt ungebeizte Baumwolle blau an. Die 15  
Färbungen werden durch Nachbehandeln mit p-Nitrodiazobenzol auf der Faser waschecht und lassen sich mit Hydrosulfit rein weiß ätzen.

#### Beispiel 2.

166 Teile Nitro-p-xylydin



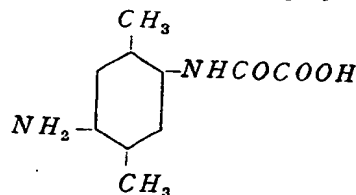
werden mit 170 Teilen Salzsäure (19° Bé.) und 2000 Teilen Wasser kochend gelöst. Die Lösung wird auf eine Mischung von Eis und 130 Teilen Salzsäure gegossen und bei 5 bis 10° diazotiert. Die Kupplung mit 1.6-Naphtylaminsulfosäure und weiter mit 2.7-Naphtolsulfosäure erfolgt wie bei Beispiel 1. Der Disazofarbstoff wird nach der Filtration mit 7000 Teilen Wasser wieder angerührt, auf 40 bis 50° erwärmt und mit 400 Teilen kristallisiertem Schwefelnatrium versetzt. Nach etwa 40 zweistündigem Rühren ist die Reduktion der Nitrogruppe beendet. Man salzt den reduzierten Farbstoff aus, filtriert und wäscht gut mit Kochsalzlösung nach. Die Paste wird mit 45  
7000 Teilen Wasser wieder angerührt, mit 300 Teilen Salzsäure versetzt und mit 69 Teilen Nitrit diazotiert.

Die Kupplung mit 1.8-Dioxynaphtalin-4-sulfosäure erfolgt wie im Beispiel 1 angegeben. Der Farbstoff ist in Wasser klar blau löslich und färbt Baumwolle in rötlichblauen Tönen an. Die mit p-Nitrodiazobenzol nach-

behandelten Färbungen verhalten sich ähnlich wie die im Beispiel 1.

#### Beispiel 3.

208 Teile 2-Oxalylamino-5-amino-p-xytol



werden mit 7000 Teilen Wasser und 65 Teilen Soda gelöst, diazotiert, mit 1.6-Naphtylaminsulfosäure gekuppelt, weiter diazotiert, mit 2.7-Naphtolsulfosäure gekuppelt, wie im Beispiel 1 angegeben. Desgleichen erfolgt die 70  
Verseifung und Weiterverarbeitung ähnlich wie im Beispiel 1. Der Farbstoff ist identisch mit dem nach Beispiel 2 erhaltenen.

An Stelle der genannten Anfangskomponenten kann man auch andere Acidyl-p-diamine 75  
bzw. andere p-Nitroaminokörper verwenden, z. B. 2-Amino-5-acetylaminotoluol, 2-Oxalylamino-4-chlor-5-amino-1-anisol, 2-Oxalylamino-4-methyl-5-amino-1-anisol, 2-Acetylamino-5-amino-1.4-dichlorbenzol und andere; statt 80  
der 1.6-Naphtylaminsulfosäure als Mittelkomponente können andere weiterdiazotierbare Komponenten der Naphtalin- oder Benzolreihe zur Verwendung kommen, wie  $\alpha$ -Naphtylamin, 1.7-Naphtylaminsulfosäure, m-Toluidin, Xylin, Kresidin u. a.; statt der 2.7-Naphtolsulfosäure können andere Mono- und Disulfosäuren verwendet werden, wie 1.3-, 1.4-, 1.5-, 1.8-, 2.5-, 2.6-, 2.8-Naphtolmono- sulfosäure, 1.3.6-, 1.3.7-, 1.3.8-, 1.4.7-, 90  
1.4.8-, 1.5.7-, 2.3.6-, 2.4.8-, 2.5.7-, 2.6.8-Naphtoldisulfosäure.

#### PATENT-ANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung von Baum- 95  
wollfarbstoffen, darin bestehend, daß man diazotierte Acidyl-p-phenylendiamine oder p-Nitraniline oder ihre Derivate mit einer Weiterdiazotierung gestattenden Mittelkomponente kuppelt, das Zwischenprodukt 100  
weiter diazotiert, mit einer Naphtolsulfosäure kuppelt, verseift bzw. reduziert, diazotiert und mit 1.8-Dioxynaphtalin-4-sulfosäure kombiniert.